EPFL - STI - CMI

Manuel d'utilisation de la chapelle chimique pour le recyclage des plaques (Reclaim).

Responsables : philippe.langlet@epfl.ch
guy.clerc@epfl.ch

Table des matières

Introduction

La chapelle chimique Reclaim permet d'effectuer le recyclage des plaques de silicium ayant une ou plusieurs couches d'oxyde de silicium, de nitrure de silicium ou de polysilicium.

Les plaques ayant une ou plusieurs couches **métalliques** **ne sont pas recyclées**.

Un nettoyage préliminaire des plaques est **obligatoire** si une couche de résine photosensible est présente sur les plaques.

Le recyclage des plaques se fait à l'aide de deux bains après un nettoyage préliminaire:

- nettoyage préliminaire des plaques (remover, plasma O_2, piranha).
- retrait des couches d'oxyde de silicium (SiO2) et de nitrure de silicium (Si_xN_y) (1er bain: acide fluorhydrique).
- retrait des couches de polysilicium ou silicium amorphe (2ème bain: acide nitrique + acide fluorhydrique + eau DI).

Chaque étape est suivie d'un rinçage à l'eau DI (déionisée). Les plaques sont finalement centrifugées et séchées sous un flux d'azote chaud.

Le premier bain (bain central) est constitué d'acide fluorhydrique (HF 49%).

Ce bain est régulièrement remplacé par un membre du CMI.

La température d'utilisation est de 21°C. La durée de l'attaque est fonction de l'épaisseur des couches à retirer. La vitesse d'attaque est de l'ordre de 1.5   m/mn pour l'oxyde de silicium (SiO_2), de 120 Å/mn pour le nitrure de silicium stœchiométrique (Si_3N_4) et de 40 Å/mn pour le nitrure de silicium enrichi en silicium (Si_xN_y). La durée du rinçage primaire avant introduction dans le second bain est de 3 minutes minimum.

Le second bain (bain de droite) est rempli de 12 litres de "polyetch" qui est un mélange d'eau DI (déionisée), d'acide nitrique 70% et d'acide fluorhydrique à 49% dont les proportions sont notées: HNO_3:H_2O:HF 50:20:3 ou encore HNO_3:HF:H_2O 200:12:80.

Ce bain est régulièrement remplacé par un membre du CMI.

La température d'utilisation est de 21°C. La durée de l'attaque est fonction de l'épaisseur des couches à retirer. La vitesse d'attaque du polysilicium est de l'ordre de 0.8   m/mn. La durée du rinçage primaire avant introduction dans le premier bain est de 3 minutes minimum.

Le bain de rinçage FFR (Fast Fill Rinse) permet d'obtenir un rinçage efficace et rapide grâce aux trois modes de fonctionnement disponibles. Le bain de rinçage est constitué d'un bac avec une alimentation en eau DI venant par le fond du bac. Un flux d'azote est injecté à la base par des petits trous permettant de générer des bulles et d'agiter le bain. Le bac est percé d'orifices sur sa partie supérieure permettant la vidange par débordement dans le plenum de la chapelle chimique puis dans les bacs de neutralisation. De plus, il est équipé d'une vanne latérale à mi-hauteur pouvant être ouverte ou fermée. Lorsque la vanne est en position ouverte, une partie de l'eau de rinçage est récupérée via une boucle dite de "recirculation" dans laquelle la mesure de résistivité est effectuée. Le débit d'eau peut être rapide "Fast Fill", correspondant à 16 litres/mn ou lent "Slow Fill", correspondant à 2 litres/mn. Un flux d'azote en surface permet de limiter la dissolution du dioxyde de carbone (CO_2) dans l'eau qui augmente artificiellement la résistivité.

Le premier cycle de rinçage fonctionne en flux rapide "Fast Fill" et vanne fermée "Dump". L'état du bain est "ON". La totalité de l'eau de rinçage est vidangée, ce qui permet d'évacuer rapidement la plus grande partie du produit chimique sur le panier et les plaques. La boucle de "recirculation" et le résistivimètre sont isolés lors de cette phase.

Le second cycle de rinçage fonctionne en flux rapide "Fast Fill" et vanne ouverte "Recirculation". L'état du bain est "ON". Le flux rapide garantit un bon rinçage. Une partie de l'eau est récupérée ce qui limite la consommation. La résistivité de l'eau augmente progressivement. La résistivité atteint alors 10 MΩ.cm si le bain est utilisé correctement, c'est à dire si le cycle de rinçage est initialisé dès que le panier est immergé et si le couvercle du bain est fermé pour éviter la dissolution du dioxyde de carbone dans l'eau.

Le troisième cycle de rinçage fonctionne en flux lent "Slow Fill" et vanne ouverte "Recirculation". L'état du bain est "OFF". La consommation d'eau est minimale.

La durée du rinçage est de 15 à 45 minutes. Le rinçage est terminé lorsque la résistivité de l'eau est supérieure à 10 MΩ.cm.

Le bain de rinçage TT (Trickle Tank) est un bain "ultra pur". Il est réservé aux paniers nettoyés et rincés jusqu'à résistivité correcte qui sont en attente d'être séchés (au cas où la centrifugeuse ne serait pas libre).

Tableau des vitesses d'attaque (en Å/mn) pour les matériaux pouvant être recyclés.

Vitesse d'attaque en Å/mn	HF 49%	Polyetch
SiO_2	15000	
Si_3N_4	120	
Si_xN_y	40	
polysilicium	≈0	7300

Dangers

L'utilisation de produits chimiques corrosifs et toxiques exige un équipement et un comportement adaptés.

Acide Fluorhydrique (HF 49%):
T+: Très toxique.
C: Corrosif.
R26/27/28: Très toxique par inhalation, par contact avec la peau et par ingestion.
R35: Provoque de graves brûlures.

Polyetch (HNO3 70%:HF 49%:H2O 200:12:80):
T: toxique.
C: Corrosif.
R23/24/25: Toxique par inhalation, par contact avec la peau et par ingestion.
R35: Provoque de graves brûlures.

Rappel des règles générales de sécurité:

Se protéger.

- Mettre les lunettes de protection pour manipuler les bidons et les plaquettes.
- **Se protéger avec un tablier, un écran facial, des gants pour le nettoyage RCA dans la chapelle chimique!**

Les gants de protection chimique.

- **Les gants servent uniquement à manipuler les ustensiles dans la chapelle chimique.**
- Pour des raisons de sécurité, **il est très important de ne rien toucher d'autre** (visage, écran facial, tablier, stylo, brucelle à vide, microscope...).
- **Ne toucher les boutons de commande** placés en face avant de la chapelle chimique **qu'après avoir rincé les gants** au rince-gant.

Le plan de travail de la chapelle chimique.

- Ne pas surcharger le plan de travail.
- Rincer le plan de travail après le transfert du panier d'un bain à l'autre.
- Rincer puis essuyer le plan de travail avant de quitter la zone.
- Rincer puis essuyer les boutons de commande avant de quitter la zone.

Les paniers et les boîtes de transport.

- Charger les plaquettes à nettoyer dans les paniers "Reclaim". Ces paniers sont normalement rangés dans les boîtes "BOITE DE TRANSPORT – RECLAIM".
- **Une fois posé sur le plan de travail de la chapelle chimique, le panier ne peut en sortir qu'après rinçage dans le bain FFR, rinçage dans le bain TT, rinçage et séchage dans la centrifugeuse.**
- Le panier propre doit rester dans la boîte "BOITE DE TRANSPORT – RECLAIM".
- Un panier a quatre emplacements : dans sa boîte fermée, sur la table en inox pour le chargement des plaquettes, sur le plan de travail de la chapelle chimique, dans la centrifugeuse SEMITOOL.

En cas de doute, renseignez-vous !

Avertissement : **Toute intervention dans la chapelle chimique se fait uniquement par un membre du CMI.**

Arrêt d’urgence

L’installation peut être arrêtée d’urgence à l’aide d’un bouton poussoir « coup de poing ».
En cas d’arrêt d’urgence, appeler un responsable membre du CMI.

Mode opératoire

1. Nettoyage préliminaire.

Dans le cas de plaques recouvertes de résine photosensible (après gravure sèche ou humide), il est obligatoire de faire un nettoyage préliminaire. Il y a trois possibilités :

1.1. une immersion dans un bain de solvant organique (Remover 1165) suivi d'un rinçage standard dans de l'eau DI.
1.2. un plasma O_2 (Oxford ou Tepla).
1.3. une immersion dans un bain de H_2SO_4+H_2O_2 (Piranha) suivi d'un rinçage standard dans de l'eau DI .

Dans le cas du décapage de résine après gravure sèche, il est fortement conseillé de faire les trois étapes dans l'ordre indiqué (1.1 à 1.3) afin de garantir le retrait des polymères formés sur les flancs de gravure.

2. Préparation générale.

2.1. Se connecter sur l'équipement via le PC de zone. Les vannes d'eau DI et d'azote s'ouvrent automatiquement.
2.2. Préparer des papiers SB près de la chapelle chimique et du rince-gant, prêts à prendre.
2.3. Charger les plaquettes dans un panier "**RECLAIM**". Ces paniers sont normalement rangés dans les boîtes "**BOITE DE TRANSPORT – PLAQUES PROPRES - RECLAIM**".
2.4. Poser le panier contenant les plaquettes à nettoyer sur la table inox, prêt à prendre.
2.5. **Avant toute opération, vérifier le remplissage en eau DI des bacs FFR et TT.**
2.6. **Se protéger avec le tablier, l'écran facial et les gants pour produits chimiques.**

3. Procédure de recyclage des plaques.

3.1. Déterminer la séquence de recyclage en fonction des couches et des épaisseurs à retirer.
3.2. La programmation du timer "**HF TANK TIMER**" étant plus simple, il est préférable de l'utiliser dans tous les cas. Programmer le temps d'attaque en modifiant SET dans la fenêtre HF en cliquant sur les flèches haute et basse à l'aide de la souris.
3.3. Mettre le panier dans le bain **HF** ou dans le bain **HNO_3 :HF :H_2O** et démarrer le timer "**HF TANK TIMER**".
3.4. **Rinçage intermédiaire** : Enclencher "**FFR START**". Rincer les plaques **3 min.** dans le bain FFR ; La poignée du panier doit être immergée dans le bain FFR ou rincée à l'aide de la douchette (panier 6'').
3.5. **Rinçage final** : Rincer dans le bain FFR tant que la résistivité est inférieure à 10 MΩ.cm. La poignée du panier doit être immergée dans le bain FFR ou rincée (panier 6'').
3.6. Mettre le panier dans le bain TT pour libérer le bain FFR si nécessaire. Enclencher "**TRICKLE TANK START**".
3.7. **Séchage**: Charger le panier dans la centrifugeuse. Presser Stop puis Start. Une fois séché, placer le panier directement dans la boîte de transport.

4. Fin d'utilisation.

4.1. Rincer le plan de travail puis l'essuyer ;
4.2. Bien rincer les gants, les retirer. Retirer l'écran facial et le tablier.
4.3. Se déconnecter de l'équipement sur le PC de zone. Les vannes d'eau DI et d'azote se ferment automatiquement.

G.-F. Clerc / Ph. Langlet